

Automatische Testanlage zur Qualitätssicherung in der Membranproduktion

H. Lyko*

Polymermembranen müssen, wie andere Industrieprodukte auch, anwendungsspezifischen Qualitätskriterien genügen. Anwender von Membranen und Anlagenbauer wählen die Produkte anhand der chemischen und thermischen Beständigkeit des Membranmaterials, die für einen bestimmten Prozess erforderlich ist, und anhand der spezifischen Leistungsmerkmale, die zur Erfüllung der Trennaufgabe erforderlich sind, aus. Diese Leistungsmerkmale sind zum einen die Durchlässigkeit der Membran für ein zu filtrierendes Medium, zum anderen der zu erwartende Rückhalt für die Stoffe, die zurückgehalten beziehungsweise aufkonzentriert werden sollen. Flachmembranen werden in großtechnischem Maßstab auf automatisch laufenden Membranziehmaschinen als Rollenware gefertigt (s. Abb. 1). Dagegen ist die Qualitätskontrolle, in der bestimmt wird, ob eine Membran eine bestimmte Spezifikation erfüllt, vielerorts immer noch zeitaufwändige Handarbeit im Labor. Dies kann dazu führen, dass eine nicht erfüllte Spezifikation in einem zeitlichen Abstand von bis zu einem Tag nach der Produktion erst erkannt wird. Die Verluste durch zwischenzeitlich entstandene Ausschussmengen können erheblich sein. Nachfolgend wird ein automatisches System zur Charakterisierung von Membranen direkt an der Produktionslinie beschrieben, das von der SIMA-Tec GmbH, Schwalmatal, in enger Zusammenarbeit mit dem Membranhersteller Microdyn-Nadir entwickelt, gebaut, vor Ort installiert und in Betrieb genommen wurde. Mit dieser Produktionstestanlage wird eine schnellere, sicherere und rückverfolgbare Qualitätskontrolle ermöglicht.

Herstellung und Charakterisierung von Flachmembranen

Polymermembranen zur Flüssigkeitsfiltration werden aus der Polymerlösung durch Phasenseparation hergestellt, die entweder thermisch induziert oder durch Zugabe eines Nichtlösungsmittels (Phasen-inversionsprozess) eingeleitet wird. Dabei wird die homogene Lösung des Membranpolymers als dünner Film auf eine poröse Stützstruktur (meistens ein Vlies) aufgetragen. Abb. 1 zeigt das Schema eines Herstellungsprozesses, in dem die Phasenseparation durch Eintauchen der beschichteten Vliesstoffbahn in ein Nichtlösemittel (Koagulationsbad) geschieht. Die entstehende Porenstruktur kann über die Rezeptur der Polymerlösung und die Auswahl des Nichtlösungsmittels sowie über die herrschenden Bedingungen während des Ziehprozesses gesteuert werden. Die Porengrößen für Mikro-, Ultra- und Nanofiltrationsmembranen, die auf diese Weise hergestellt werden, unterliegen immer einer gewissen Verteilung. Ebenso weisen die erreichbaren Permeabilitäten und Trenngrenzen gewisse Schwankungsbreiten auf. Um die hergestellten Membranen einordnen zu können, werden Membranen für Flüssigkeitsanwendungen durch Mindestwerte für Reinwasserpermeabilitäten (bei bestimmter Temperatur und bestimmtem Druck), sowie durch ein Maß für die nominelle molekulare Trenngrenze

(MWCO – molecular weight cut-off) bei Ultrafiltrationsmembranen beziehungsweise für die nominelle Porengröße bei Mikrofiltrationsmembranen charakterisiert. Nanofiltrations- und Umkehrososmembranen werden durch einen nominellen Salzurückhalt beschrieben. Die molekulare Trenngrenze von Ultrafiltrationsmembranen wird durch Filtration von Testlösungen mit Molekülen einer bestimmten Molmasse bestimmt. Als typische Textsubstanzen sind Polyethylenglykol (PEG), Dextran und Polyvinylpyrrolidon (PVP) bekannt, die am Markt mit genau eingestellten Molekulargrößen in Pulverform oder als fertige Lösungen erhältlich sind. Für den prozentualen Rückhalt einer Membran in Bezug auf eine Testkomponente unter definierten Testbedingungen werden Toleranzbereiche festgelegt, die für eine bestimmte Spezifikation einzuhalten sind. Bei der Qualitätskontrolle im Labor werden die Reinwasserpermeabilität und der Rückhalt der Testsubstanz anhand von Membranproben in Rührzellen untersucht. Im Rahmen einer Qualitätskontrolle werden mehrere Proben der gleichen Membranrolle hintereinander

oder parallel vermessen. Dabei hat der Labormitarbeiter darauf zu achten, dass die Prüfbedingungen (Temperatur, Filtrationsdruck) immer konstant gehalten werden und dass die Komponenten der Testzellen und Stoffleitungen nach jeder Messung mit Testlösung rückstandsfrei gereinigt werden, damit aufeinanderfolgende Messungen nicht verfälscht werden. Zudem werden bei der Filtratfluss- und Rückhaltmessung im Labor nur Mittelwerte erfasst und keine Werteverläufe über die Versuchszeit dargestellt. Insgesamt ist die manuelle Membrancharakterisierung sehr zeit- und arbeitsaufwändig.

Aufbau und Funktionsweise der Produktionstestanlage

Die Produktionstestanlage ist ein flexibel einsetzbarer Membranteststand zur Durchführung von Qualitätssicherungsversuchen im Bereich der Mikro- und Ultrafiltration. Abb. 2 zeigt die Außenansicht der Testanlage. Das System ist für den Einsatz direkt an der Produktionsanlage bestimmt und erlaubt den Anlagenbedienern damit eine Qualitäts-

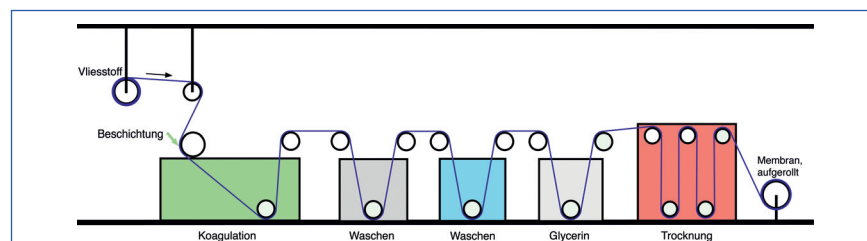


Abb. 1: Anlage für die phaseninverse Flachmembranproduktion

*Dr.-Ing. Hildegard Lyko
Dortmund, Tel. 0231-730696



Abb. 2: Außenansicht der Testanlage mit geschlossener Testzelle und geschlossener Fronttür

kontrolle während des laufenden Betriebs. Der Aufbau und die Steuerung der Testanlage sind so konzipiert, dass sie von einer Person ohne labortechnische Vorkenntnisse einfach zu bedienen sind und die Testergebnisse einfach und verständlich dargestellt werden.

Das Herzstück der Anlage ist eine rechteckige Flachzelle, die mit einem Spacermaterial (von 33 bis 75 mil) und der Membranprobe bestückt wird (Abb. 3). Der Testzellenaufbau ist im Wesentlichen einem Wickelmodul nachempfunden. Das Öffnen und Schließen dieser Testzelle erfolgt pneumatisch, wodurch das Bestücken vereinfacht und der dichte Abschluss der Zelle gewährleistet werden. Über eine integrierte Druckmessung vor und hinter der Membran wird die transmembrane Druckdifferenz berechnet. Das Rückhaltevermögen der Membran

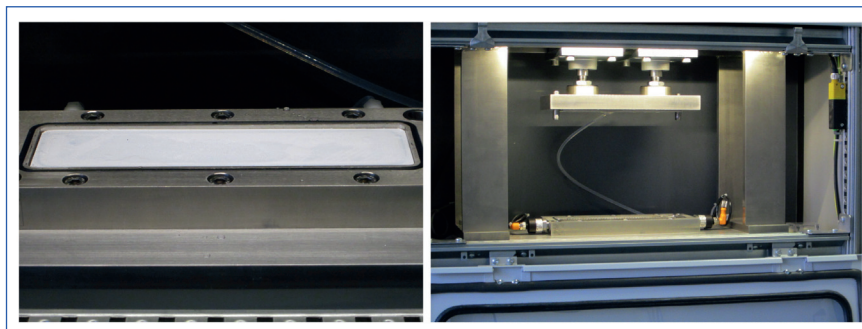


Abb. 3: Membrantestzelle in der Produktionstestanlage, links: offene Testzelle mit eingelegter Membranprobe, rechts: Komplettansicht der offenen Testzelle im geöffneten Prüfraum der Testanlage

gegenüber der Testsubstanz wird mit Hilfe eines optischen Refraktometers ermittelt, der die Konzentration der Testsubstanz im Feed und Permeat als relative Dichte (°Brix) bestimmt. Als weitere Messgrößen werden der Permeatvolumenstrom und die Temperatur im Konzentrat gemessen. Die Überströmgeschwindigkeit liegt in dem Wertebereich, der in Wickelmodulen realisiert wird. Für die Messung wird ein Membranprobestück aus der Produktionsmembran herausgestanzt.

Vor dem Einlegen der Membranprobe kann am Produktionsteststand die passende Testmethode zum Membrantyp ausgewählt werden. Die Testmethode beinhaltet alle wichtigen Verfahrensparameter wie Testdruck, Testlösung, Überströmung der Membran, Reinigungsparameter, Spülvolumina, ... und wurde zuvor von der QS (Qualitätssicherung) in einem separaten Applikationsfeld festgelegt, geprüft und freigegeben.

Nach dem Einlegen der Spacer- und der Membranprobe in die Testzelle und der Eingabe der für die Dokumentation relevanten Daten (Chargennummer und Lage der ausgestanzten Probe in der Bahn) über den Touchscreen startet ein insgesamt 22 Prozessschritte umfassendes, automatisch ablaufendes Prüfprogramm. Die Details für die einzelnen Membranmaterialien werden als Routine in der Steuerungssoftware hinterlegt.

Im Einzelnen lassen sich die 22 Prozessschritte unterteilen in die Aufgabenpakete

- Membranspülung,
- Wasserfahrt (Bestimmung der Reinwasserpermeabilität)
- Vermessung mit Testlösung (Bestimmung des Rückhaltevermögens)
- Systemreinigung mit Reinigungslösung
- Systemspülung.

Die Spülung der Membranprobe ist eine Maßnahme, die für jede Membran vor der Inbetriebnahme erforderlich ist, um das Glycerin, das für die Konservierung der Membran während des Aufrollprozesses, des Transports und der Lagerung erforderlich ist, heraus zu spülen. Die Membranspülung erfolgt sowohl drucklos als auch mit Überdruck.

Für die Spülung sowie für die anschließende Reinwassermessung wird vorgefiltertes, kaltes Leitungswasser verwendet.

Vor der Messung des Membranrückhalts wird zunächst die Konzentration der Testlösung bestimmt. Während der Konzentrationsbestimmung des Filtrats wird die Testlösung im Kreislauf gefahren um teure Testchemikalien einzusparen.

Für die Reinigung nach der Vermessung mit Testlösung wird Heißwasser verwendet, das aus einem externen Heißwasserspeicher bereitgestellt wird. Nach Ablauf des Testprogramms, das etwa

Fordern Sie uns - wir finden Ihre Lösung!
info@sima-tec.de oder www.sima-tec.de

SIMA-tec GmbH

Sonderanlagenbau & individuelle Lösungen.

Spezialisiert auf Labor- und Pilotanlagenbau, steht die SIMA-tec seit über 12 Jahren für Qualitätsprodukte im Bereich Forschung und Entwicklung. Wir realisieren Sonderanlagen nach Ihren Anforderungen und Wünschen.



Anlagenbau

- Membrantechnik
- Trenntechnik
- Oxidationsverfahren
- Prüfstände



Industrieservice

- Prozessanalyse
- Verfahrensentwicklung
- Labor- und Pilotversuche
- Wartungs- & Anlagenservice

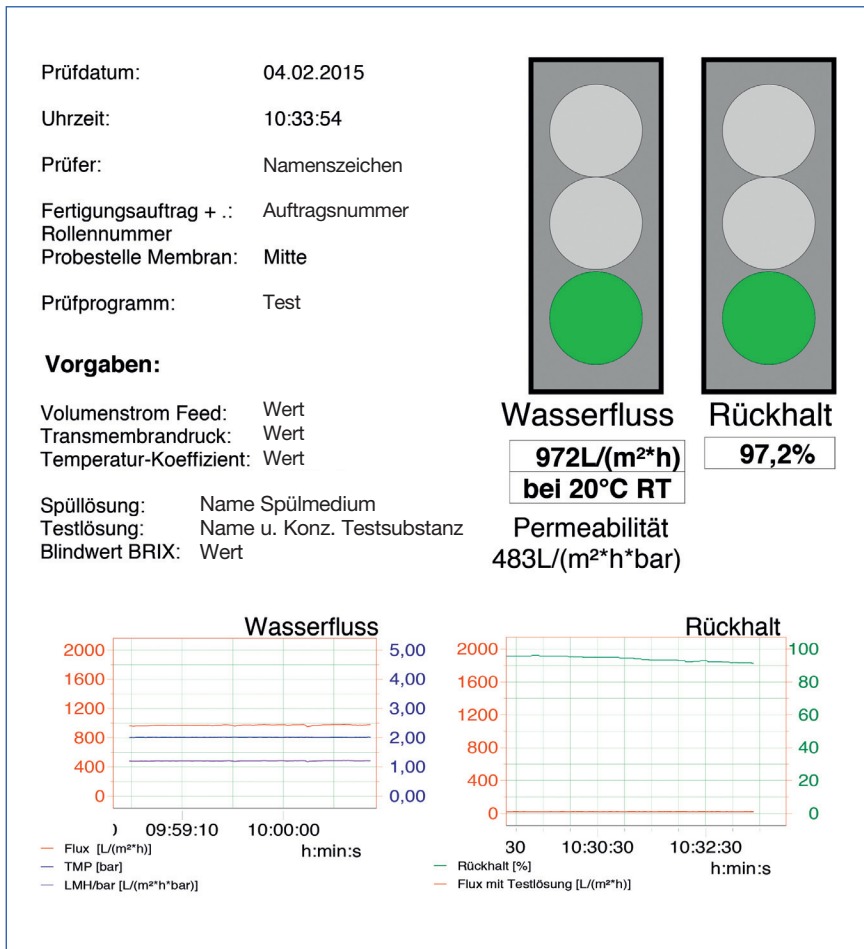


Abb. 4: Ausschnitt aus einem Testprotokoll

60 Minuten dauert, kann die Testzelle geöffnet und Membran- sowie Spacerprobe entnommen werden. Die Anlage ist damit bereit zur Aufnahme eines neuen Prüflings.

Schon vor Ablauf des gesamten Prüfprogramms, nämlich zum Start des Reinigungsprogramms, steht das Protokoll des Membrantests am Bildschirm und als pdf-Datei zur Verfügung.

Abb. 4 zeigt Ausschnitte eines solchen Messprotokolls, in dem zu allererst die Lage der Werte für die Reinwasserpermeabilität und den Membranrückhalt relativ zu den vorgegebenen Toleranzbereichen als Ampelsignal optisch sofort erkennbar ist. Dabei bedeutet die Farbe Rot, dass das Testergebnis außerhalb des gewünschten Toleranzbereichs liegt, bei Orange liegt der Messwert noch im tolerierbaren Bereich und die Farbe Grün signalisiert einen Wert im optimalen Bereich. Die zeitlichen Verläufe von Reinwasserfluss und Rückhalt werden graphisch dargestellt. Darüber hinaus erhält der Anwender eine tabellarische Darstellung aller eingestellten und gemessenen Parameter.

Neben dem Prüfablauf mit allen 22 Schritten können auch bestimmte Programme wie eine Reinwasserfahrt ohne anschließende Bestimmung des Rückhalts oder spezielle Reinigungsprogramme ausgewählt werden.

Die Anforderung an die Reinigung innerhalb des automatischen Prüfablaufs sind hoch, denn es muss sicher gestellt werden, dass vor dem Einlegen des nächsten Prüflings jegliche Reste der Testsubstanz, mit der das Rückhaltevermögen bestimmt wird, aus dem System entfernt sind. Die Reinigungsprozedur wird im Einsatzfall an die jeweilige Testsubstanz angepasst.

Sichere Handhabung, schnellere und reproduzierbare Messungen

Der Aufbau der Testanlage und die standardisierten Prüfabläufe sind so konzipiert, dass zum einen ein hohes Maß an Sicherheit für den Bediener gegeben ist, zum anderen aber auch die Wahrscheinlichkeit der Fehlbedienung und daraus folgender Messfehler minimiert wird. Es ist beispielsweise unmöglich, die Testzelle zu öffnen oder zu schließen, solange die Fronttür der Anlage geöffnet ist. Umgekehrt kann die Fronttür nicht geöffnet werden, solange der Vorgang der pneumatischen Öffnung oder Schließung der Zelle andauert. Für den Fall, dass der für den Schließmechanismus notwendige Luftdruck nicht anliegt, wird die Anlage nicht angefahren. Durch die Kombination weiterer mechanisch-elektrischer und programmtechnischer Sicherheitsmaßnahmen

werden die Pumpe und andere Komponenten des Systems vor Überlast geschützt und die für den Anlagenbetrieb tolerierbaren Grenzwerte, die ein Not-Aus auslösen würden, festgelegt.

Testprogramme für Standardmembranen aus dem Portfolio des Unternehmens sind im System hinterlegt, weitere Applikationen für neue Membranmaterialien können mit einem externen Applikationstool von der QS erzeugt werden und via USB-Stick oder Netzwerkverbindung aufgespielt werden.

Die Handlungen, die durch einen Bediener vor Ort durchgeführt werden müssen, bestehen zum einen darin, sicher zu stellen, dass die Reservoirs für die notwendigen Betriebsflüssigkeiten (Testlösung und Reinigungsflüssigkeit) aufgefüllt und angeschlossen sind und dass die für die Reinwassermessung und für Spülvorgänge benötigte Frischwasserleitung angeschlossen und das entsprechende Ventil geöffnet ist. Der Vorlagebehälter der Testlösung verfügt über eine Füllstandsmessung und zeigt dem Anwender frühzeitig an, wann neue Testlösung nachgefüllt werden soll. Zum anderen muss der Bediener Spacermaterial und die Probe der zu prüfenden Membran in die Testzelle des Systems legen und das Messprogramm über den Touchscreen am Schaltschrank starten. Zur Überprüfung des RI-Sensors, mit dem die Konzentration der Testsubstanz bestimmt wird, wird ein Blindwert mit reinem Wasser bestimmt. Sobald dieser aus seinem Toleranzbereich fällt, bekommt der Anwender eine Mitteilung, dass der Sensor manuell gereinigt werden muss. Alle diese Tätigkeiten können vom Bedienpersonal der Membranproduktionsanlage vorbereitend bzw. begleitend ausgeführt werden. Die sonst dafür zu veranschlagenden Zeiten im Labor entfallen.

Übertragbarkeit auf andere Membrantypen

Diese hier beschriebene Anlage wurde speziell für Ultra- und Mikrofiltrationsmembranen konzipiert, die für Anwendungen mit wässrigen Lösungen hergestellt werden. Der realisierbare Betriebsdruck zwischen 0,5 und 5 bar sowie der Feedvolumenstrom sind auf diese Filtrationsprozesse abgestimmt. Mit vergleichbarem Anlagenaufbau sind aber ebenso Testsysteme für Hohlfaser- und Rohrmembranen und Hochdruckanwendungen wie Nanofiltration und Umkehrosmose oder für Anwendungen mit organischen Lösemitteln realisierbar. Dazu können Werkstoffe angepasst und gegebenenfalls der Schließmechanismus an der Testzelle modifiziert werden.